

PCT/JP03/16277

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

16. 1. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

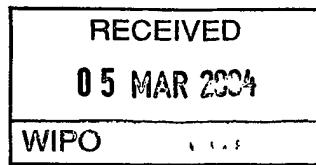
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年 9月 9日

出願番号  
Application Number: 特願 2003-316336

[ST. 10/C]: [JP 2003-316336]

出願人  
Applicant(s): 宇部興産株式会社

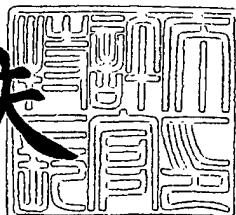


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 2月 20日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



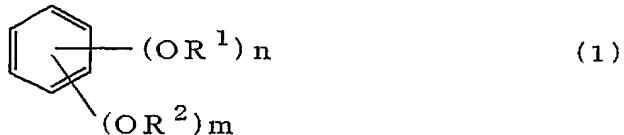
【書類名】 許願  
【整理番号】 103093  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C07C 69/007  
【発明者】  
【住所又は居所】 山口県宇都市大字小串1978番地の5 宇部興産株式会社 宇部研究所内  
【氏名】 白井 昌志  
【発明者】  
【住所又は居所】 山口県宇都市大字小串1978番地の5 宇部興産株式会社 宇部研究所内  
【氏名】 吉田 佳弘  
【特許出願人】  
【識別番号】 000000206  
【氏名又は名称】 宇部興産株式会社  
【代表者】 常見 和正  
【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 012254  
【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の

【請求項1】

ハロゲン化ホウ素及び2B族金属のハロゲン化物からなる触媒の群のうち、少なくとも1つの存在下、下式(1)で示されるアルコキシ置換ベンゼン誘導体と

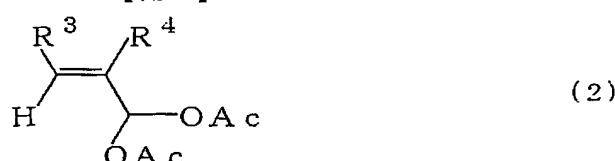
【化1】



(式中、OR<sup>1</sup>及びOR<sup>2</sup>はそれぞれ独立した炭素原子数1～4のアルコキシ基を表わし、これら置換基が隣接する場合、互いに結合してメチレンジオキシ基、若しくはエチレンジオキシ基を形成しても良い。mは0～4の整数を表し、nは1～5の整数を表す。)

下式(2)で示されるアルケニリデンジアセテートを反応させることを特徴とする

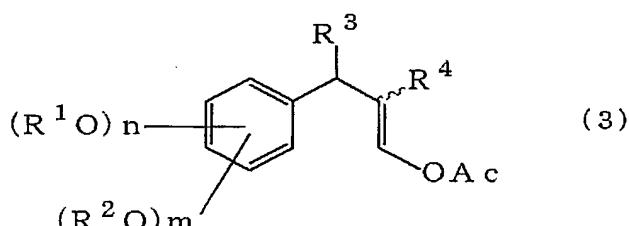
【化2】



(式中、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>は水素原子又は炭素原子数1～10のアルキル基を表わし、互いに結合して環を形成しても良い。また、本化合物は、立体異性体を含む。)

下式(3)で表わされる1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロパン誘導体の製造法。

【化3】



(式中、OR<sup>1</sup>、OR<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>、m及びnは前記と同義である。また、本化合物は、立体異性体を含む。)

【書類名】明細書

【発明の名称】1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロパン誘導体の製法

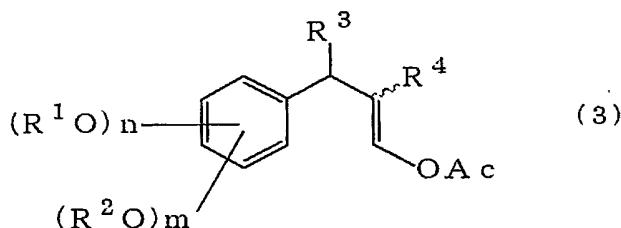
【技術分野】

## 【0001】

本発明は、香料、医農薬品、有機合成薬品の中間体として有用である1-アセトキシ-3-フェニルプロパン誘導体の製造法に関する。特に下式(3)においてR<sup>1</sup>がメチル基、R<sup>2</sup>が水素原子、R<sup>3</sup>がメチル基、mが0、更にnが2である1-アセトキシ-3-(3,4-ジメトキシフェニル)プロパン誘導体は、加水分解により香料として有用な2-ホルミル-3-(3,4-ジメトキシフェニル)プロパンに誘導することが出来る(非特許文献1)。

## 【0002】

## 【化1】



## 【0003】

(式中、OR<sup>1</sup>及びOR<sup>2</sup>はそれぞれ独立した炭素原子数1~4のアルコキシ基を表わし、これら置換基が隣接する場合、互いに結合してメチレンジオキシ基、若しくはエチレンジオキシ基を形成しても良い。R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>は水素原子又は炭素原子数1~10のアルキル基を表わし、互いに結合して環を形成しても良い。mは0~4の整数を表し、nは1~5の整数を表す。また、本化合物は、立体異性体を含む。)

【背景技術】

## 【0004】

前記式(3)に示される1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロパン誘導体の合成法としては、例えば、非特許文献1に、1,2-ジメトキシベンゼンとアルケニリデンジアセテートとを三フッ化ホウ素エーテル錯体で活性化した四塩化チタンの存在下に反応させて1-アセトキシ-3-(3,4-ジメトキシフェニル)プロパンを合成する方法が記載されているが、収率は6.2%と不十分であった。同合成法を発明者が追試した結果、収率は1.2%と更に低く、副生成物を多数生じたことにより反応液は褐色となった(比較例1参照)。また、ここで使用される四塩化チタンは、空気中の水分でも分解するほど不安定であり、その扱いは煩雑であった。更に副反応を防ぐ目的で、四塩化チタンの使用量をアルケニリデンジアセテート1モルに対して0.1モルに低減させて反応を試みたが、1-アセトキシ-3-(3,4-ジメトキシフェニル)プロパンの収率は9.8%と低く、副生成物の生成も防ぐことはできなかった(比較例2参照)。

## 【0005】

前記方法を3,4-メチレンジオキシベンゼンに適応した場合、三フッ化ホウ素エーテル錯体で活性化した四塩化チタンにより3,4-メチレンジオキシベンゼンの分解反応が進行し、目的物の収率は43.1%と不充分であった(比較例3)。更に3,4-メチレンジオキシベンゼンの分解を防ぐためにアルケニリデンジアセテート1モルに対し0.1モルの四塩化チタンを用いて反応を試みたが、1-アセトキシ-3-(3,4-メチレンジオキシフェニル)プロパンの収率は9.8%であった(比較例4)。

## 【0006】

【特許文献1】特公昭42-9135号公報

【非特許文献1】Bull. Soc. Chim. Fr., 1961, p. 1194

【非特許文献2】“理化学辞典”，岩波書店，第4版，1993，付録II

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】  
【0007】

本発明の課題は、香料、医農薬品、有機合成薬品の中間体として有用である1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロペン誘導体を、アルコキシ置換ベンゼン誘導体から簡便且つ収率良く得る、工業的に好適な1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロペン誘導体の製法を提供することである。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0008】

本発明者らは、前記の課題を解決するために検討した結果、1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロペン誘導体の簡便且つ収率の良い製法を見出し、本発明を完成了。

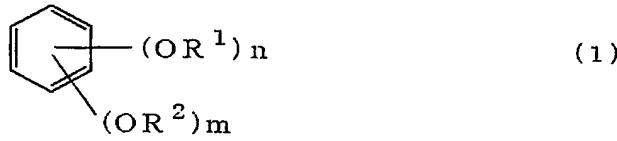
即ち、本発明は次の通りである。

## 【0009】

ハロゲン化ホウ素及び2B族金属のハロゲン化物からなる触媒の群のうち、少なくとも1つの存在下、下式(1)で示されるアルコキシ置換ベンゼン誘導体と

## 【0010】

## 【化1】

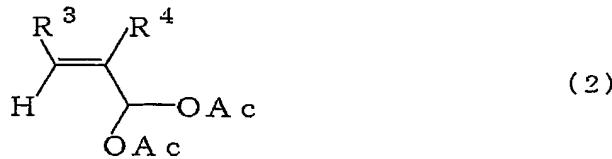


(式中、OR<sup>1</sup>、OR<sup>2</sup>、m及びnは前記と同義である。)

下式(2)で示されるアルケニリデンジアセテートを反応させることを特徴とする

## 【0011】

## 【化2】

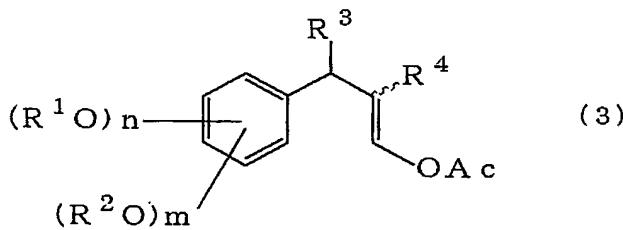


(式中、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>は前記と同義である。また、本化合物は、立体異性体を含む。)

下式(3)で表わされる1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロペン誘導体の製造法に関するものである。

## 【0012】

## 【化3】



(式中、OR<sup>1</sup>、OR<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>、m及びnは前記と同義である。また、本化合物は、立体異性体を含む。)

## 【発明の効果】

## 【0013】

本発明により、香料、医農薬品、有機合成薬品の中間体として有用である1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロペン誘導体を簡便な方法によって、アルコキシ置換ベンゼン誘導体から収率良く得る、工業的に好適な1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロペン誘導体の製法を提供することができる。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0014】

以下、本発明について詳細に説明する。

前記式(3)で表わされる1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロペニン誘導体の製造は、ハロゲン化ホウ素の存在下、前記式(1)で示されるアルコキシ置換ベンゼン誘導体と前記式(2)で示されるアルケニリデンジアセテートを反応させることにより行うことが出来る。

なお、本発明は、反応を妨げない限り、その他の化合物を添加することが出来るが、四塩化チタンは使用されない。

## 【0015】

本発明で用いられるアルコキシ置換ベンゼン誘導体は前記式(1)で示される。前記式(1)において、OR<sup>1</sup>及びOR<sup>2</sup>はそれぞれ独立した炭素原子数1～4のアルコキシ基を表わし、これら置換基が隣接する場合、互いに結合してメチレンジオキシ基、若しくはエチレンジオキシ基を形成しても良い。mは0～4の整数を表し、nは1～5の整数を表す。

## 【0016】

ここで、炭素原子数1～4のアルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基等が挙げられる。なお、これら置換基は異性体も含む。

## 【0017】

上記アルコキシ置換ベンゼン誘導体の具体的例としては、アニソール、ベラトロール、ハイドロキノンジメチルエーテル、1,4-ベンゾジオキサン、ピロガロールトリメチルエーテル、ヒドロキシハイドロキノントリメチルエーテル、又はメチレンジオキシベンゼン等が挙げられる。なお、これらは市販のものを使用することができる。

## 【0018】

本発明で用いられるアルコキシ置換ベンゼン誘導体の使用量は、アルケニリデンジアセテート1モルに対して好ましくは1～50モルであり、更に好ましくは1～20モルである。

## 【0019】

本発明で用いられる前記式(2)で示されるアルケニリデンジアセテートは、市販のものを使用することが出来るが、例えば特許文献1に記載の方法に従い、 $\alpha$ 、 $\beta$ -不飽和アルデヒドと無水酢酸から調製することも出来る。なお、本化合物は、立体異性体を含む。

## 【0020】

前記式(2)において、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>は水素原子、又は炭素原子数1～10のアルキル基を表わし、互いに結合して環を形成しても良い。

## 【0021】

ここで、炭素原子数1～10のアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基などが挙げられるが、好ましくはメチル基である。なお、これらの基は各種異性体を含む。また、R<sup>3</sup>とR<sup>4</sup>が互いに結合して出来る環としては、シクロヘキサン環、シクロヘキサン環などが挙げられるが、好ましくはシクロヘキサン環である。

## 【0022】

アルケニリデンジアセテートの調製に用いられる $\alpha$ 、 $\beta$ -不飽和アルデヒドとしては、アクリレイン、メタクリレイン、クロトンアルデヒド、 $\alpha$ 、 $\beta$ -ジメチルアクリレイン、 $\alpha$ -エチルアクリレイン、 $\beta$ -エチルアクリレイン、 $\beta$ -プロピルアクリレイン、シンナミックアルデヒド、 $\alpha$ -シクロヘキシルアクリレインなどが挙げられるが、好ましくはアクリレイン、メタクリレイン、クロトンアルデヒドであり、更に好ましくはメタクリレインである。

## 【0023】

上記アルケニリデンジアセテートの具体的例としては、2-メチル-3,3-ジアセトキシプロパン、3,3-ジアセトキシプロパン、1-メチル-3,3-ジアセトキシプロ

ペン、2-エチル-3-ジアセトキシプロパン、1-エチル-3,3-ジアセトキシプロパン、又は1-エチル-2-メチル-3,3-ジアセトキシプロパン等が挙げられる。

#### 【0024】

本発明で用いられる触媒としては、ハロゲン化ホウ素及び2B族金属のハロゲン化物からなる触媒の群のうち、少なくとも1つが用いられる。

ここで元素の族及び周期の名称は、非特許文献2に記載の元素の周期表(a)長周期型に基づく。

#### 【0025】

ハロゲン化ホウ素としては、フッ化ホウ素が好ましく、例えば、三フッ化ホウ素エーテル錯体、三フッ化ホウ素酢酸錯体、三フッ化ホウ素n-ブチルエーテル錯体などが挙げられるが、好ましくは三フッ化ホウ素エーテル錯体、三フッ化ホウ素酢酸錯体である。これら化合物は市販のものを使用することが出来る。

#### 【0026】

2B族金属のハロゲン化物としては、弗化亜鉛、塩化亜鉛、臭化亜鉛、沃化亜鉛、弗化カドミウム、塩化カドミウム、臭化カドミウム、沃化カドミウム、弗化水銀、塩化水銀、臭化水銀、沃化水銀等が挙げられる。この内、亜鉛のハロゲン化物が好ましく、塩化亜鉛が更に好ましい。

#### 【0027】

前記触媒の使用量は、アルケニリデンジアセテート1モルに対して1モル以下であり、好ましくは0.01~0.5モルである。この範囲より使用量が少ないと反応が24時間で完結せず、多いと過剰量の触媒を分解・廃棄するなど煩雑な操作が必要であり工業的なスケールには適さない。

#### 【0028】

本発明の1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロパン誘導体の合成反応は、溶媒を使用して行っても良いが、好ましくは無溶媒である。

#### 【0029】

反応温度は反応にあずかる原料物質の種類等によって異なるが、-10~80℃であり、好ましくは0~50℃である。

反応時間は、前記の濃度、温度によって変化するが0.5~24時間である。

#### 【0030】

この反応は、通常、アルゴン、窒素などの不活性ガス雰囲気、或いはこれらガス気流下で行われる。また、用いられる反応圧は通常、常圧である。

#### 【0031】

合成された1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロパン誘導体は、反応終了後、抽出、濃縮、ロ過などの通常の後処理を行い、必要に応じて蒸留、再結晶、各種クロマトグラフィーなどの公知の手段で適宜精製することができる。

以下に本発明の代表的な実施例を示す。

#### 【実施例1】

#### 【0032】

アルゴン雰囲気下、200ml容の4ツロフラスコに2-メチル-3,3-ジアセトキシプロパン(19.22g, 100mmol)、アニソール(108.14g, 1.0mol)を加えた。内温24℃で三フッ化ホウ素エーテル錯体(1.42g, 10mmol)を2分かけて加え、内温24~25℃で1時間攪拌した。反応終了後、反応液を20mlの水で2回水洗し、更に20mlの飽和食塩水で洗浄した。分液後、得られた有機層を減圧蒸留(20mmHg, 55~57℃)し、残渣をシリカゲルクロマトグラフィー(溶出溶媒:ヘキサン/酢酸エチル=10/1)にて精製し、無色液体として目的の1-アセトキシ-2-メチル-3-(4-メトキシフェニル)プロパン(収率93.4% (収量20.58g))を得た。

1-アセトキシ-2-メチル-3-(4-メトキシフェニル)プロパンの物性値を以下に

記す。

【0033】

<sup>1</sup>H-NMR(300MHz, CDCl<sub>3</sub>) δ : 1.59(3H, s), 2.14(3H, s), 3.20(2H, s), 3.78(3H, s), 6.82(2H, d, J=8.7Hz), 7.01~7.03(1H, m), 7.08(2H, d, J=8.7Hz)

【0034】

<sup>13</sup>C-NMR(75.5MHz, CDCl<sub>3</sub>) δ : 13.47, 20.74, 39.47, 55.22, 113.82, 121.54, 129.71, 130.97, 131.10, 158.22, 168.24.

【0035】

Ms(m/e)220. Mw=220.26.

【実施例2】

【0036】

アルゴン雰囲気下、25m<sup>l</sup>容の3ツ口フラスコに2-メチル-3, 3-ジアセトキシプロパン(1. 922g, 10mmol)、ハイドロキノンジメチルエーテル(13. 82g, 100mmol)を加えた。内温54℃で三フッ化ホウ素エーテル錯体(0. 14g, 1mmol)を1分かけて加え、内温53~54℃で1時間攪拌した。反応終了後、反応液について、高速液体クロマトグラフィーを用いて定量分析を行った結果、1-アセトキシ-2-メチル-3-(2, 5-ジメトキシフェニル)プロパンの収量は2. 16g(収率86. 0%)であった。この反応液を20m<sup>l</sup>の水で2回水洗し、更に20m<sup>l</sup>の飽和食塩水で洗浄した。分液後、得られた有機層を減圧蒸留(20mmHg, 55~57℃)し、残渣をシリカゲルクロマトグラフィー(溶出溶媒：ヘキサン/酢酸エチル=10/1)にて精製し、無色固体として目的の1-アセトキシ-2-メチル-3-(2, 5-ジメトキシフェニル)プロパン(収率77. 4% (収量1. 94g))を得た。

1-アセトキシ-2-メチル-3-(2, 5-ジメトキシフェニル)プロパンの物性値を以下に記す。

【0037】

<sup>1</sup>H NMR(300MHz, CDCl<sub>3</sub>) δ : 1.64(3H, s), 2.13(3H, s), 3.26(2H, s), 3.75(3H, s), 3.77(3H, s), 6.70~6.74(2H, m), 6.78(1H, d, J=9.6Hz), 6.98~7.00(1H, m).

【0038】

<sup>13</sup>C NMR(75.5MHz, CDCl<sub>3</sub>) δ : 13.75, 20.76, 33.73, 55.66, 56.06, 111.57, 120.58, 128.67, 131.58, 151.98, 153.55, 168.17.

【0039】

Ms(m/e)250. Mw=250.29.

【実施例3】

【0040】

アルゴン雰囲気下、100m<sup>l</sup>容の4ツ口フラスコに1, 2-ジメトキシベンゼン(69. 20g, 500mmol)、2-メチル-3, 3-ジアセトキシプロパン(9. 61g, 50mmol)を加え、内温24~25℃にて塩化亜鉛(1. 36g, 10mmol)を加えた。内温25~26℃で1. 5時間攪拌し反応させた後、飽和食塩水50m<sup>l</sup>で反応液を3回洗浄した。有機層を分離して減圧蒸留(8~10mmHg, 80~84℃)で蒸留した後、残渣をシリカゲルクロマトグラフィー(溶出溶媒：ヘキサン/酢酸エチル=10/1)にて精製し、無色液体として目的の1-アセトキシ-2-メチル-3-(3, 4-ジメトキシフェニル)プロパン(収率95. 1% (収量11. 90g))を得た。

1-アセトキシ-2-メチル-3-(3, 4-ジメトキシフェニル)プロパンの物性値を以下に記す。

【0041】

<sup>1</sup>H-NMR(300MHz, CDCl<sub>3</sub>) δ : 1.60(3H, s), 2.15(3H, s), 3.21(2H, s), 3.86(3H, s), 3.88(3H, s), 6.69(1H, d, J=2.1Hz), 6.72(1H, dd, J=8.1Hz, J=2.1Hz), 6.79(1H, d, J=8.1Hz), 7.03(1H, s)

【0042】

<sup>13</sup>C-NMR(75.5MHz, CDCl<sub>3</sub>) δ : 13.48, 20.79, 39.97, 55.87, 55.93, 111.16, 111.93, 120.82, 121.48, 131.17, 131.52, 147.63, 148.96, 168.29.

## 【0043】

Ms(m/e)250. Mw=250.29.

## 【実施例4】

## 【0044】

アルゴン雰囲気下、25m1容の3ツロフラスコに1, 2-ジメトキシベンゼン(1.3.816g, 100mmol)、2-メチル-3, 3-ジアセトキシプロパン(1.878g, 10mmol)を加え、内温18~19℃にて三フッ化ホウ素エーテル錯体(0.142g, 1mmol)を加えた。内温22~23℃で2時間攪拌し、反応終了後、反応液を高速液体クロマトグラフィーを用いて定量分析を行った結果、目的の1-アセトキシ-2-メチル-3-(3, 4-ジメトキシフェニル)プロパンは収率94.4% (収量2.36g) であった。

## 【実施例5】

## 【0045】

アルゴン雰囲気下、20℃下で、20m1容のフラスコにメチレンジオキシベンゼン(6.83g, 56.0mmol)と2-メチル-3, 3-ジアセトキシプロパン(1.05g, 5.6mmol)の混合溶液に三フッ化ホウ素エーテル錯体(74mg, 0.52mmol)を加えた。内温23℃で1時間攪拌した後、反応液に酢酸エチル(50m1)を加え、得られた有機層を水(50m1)で3回洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで乾燥して溶媒を留去した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(酢酸エチル/n-ヘキサン=1/13)にて精製し、白色結晶として目的の1-アセトキシ-2-メチル-3-(3, 4-メチレンジオキシフェニル)プロパン(収率88.0% (収量1.15g))を得た。

## 【0046】

## 【比較例1】

アルゴン雰囲気下、25m1容の3ツロフラスコに四塩化チタン(1.18g, 6.2mmol)を加え、三フッ化ホウ素エーテル錯体(0.016g, 0.11mmol)を加えた。内温8~12℃で1, 2-ジメトキシベンゼン(3.40g, 24.6mmol)を30分かけて滴下した。2-メチル-3, 3-ジアセトキシプロパン(0.75g, 6.1mmol)と1, 2-ジメトキシベンゼン(0.77g, 5.6mmol)の混合物を5分かけて滴下した。内温8~10℃で60分攪拌し、6規定の塩酸(10m1)およびジクロロメタン(10m1)を加えて30分攪拌した。不溶物を濾別し、ジクロロメタンで抽出し、有機層を水洗・飽和食塩水洗・Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>乾燥した。濾過後、濾液を濃縮して粗生成物4.54gを得た。高速液体クロマトグラフィーを用いて定量分析を行った結果、目的の1-アセトキシ-2-メチル-3-(3, 4-ジメトキシフェニル)プロパンは収率12.0% (収量0.18g) であった。

また、この反応液は褐色であり、高速液体クロマトグラフィーによる分析により多数の副生成物が確認された。

## 【0047】

## 【比較例2】

アルゴン雰囲気下、25m1容の3ツロフラスコに四塩化チタン(0.12g, 0.6mmol)を加えた。内温4~5℃で2-メチル-3, 3-ジアセトキシプロパン(1.16g, 6mmol)を加え、次いで1, 2-ジメトキシベンゼン(8.25g, 60mmol)を滴下した。滴下後、反応混合物を23℃に昇温し3時間攪拌した。反応終了後、反応液を高速液体クロマトグラフィーを用いて定量分析を行った結果、目的の1-アセトキシ-2-メチル-3-(3, 4-ジメトキシフェニル)プロパンは収率62.3% (収量0.94g) であった。

また、この反応液は褐色であり、高速液体クロマトグラフィーによる分析により多数の副生成物が確認された。

## 【0048】

## [比較例3]

アルゴン雰囲気下、25m1容の3ツ口フラスコに四塩化チタン(1.28g, 6.7mmol)を加え、三フッ化ホウ素エーテル錯体(0.017g, 0.12mmol)を加えた。内温8～12℃で1, 2-メチレンジオキシベンゼン(3.27g, 26.8mmol)を60分かけて滴下した。2-メチル-3, 3-ジアセトキシプロパン(0.745g, 6.1mmol)と1, 2-メチレンジオキシベンゼン(0.745g, 6.1mmol)の混合物を15分かけて滴下した。内温8～10℃で30分攪拌し、6N-塩酸(10m1)およびジクロロメタン(10m1)を加え30分攪拌した。不溶物をろ別し、ジクロロメタンで抽出し、有機層を水洗・飽和食塩水洗・無水硫酸ナトリウム乾燥した。ろ過、濃縮を行い粗生成物3.16gを得た。高速液体クロマトグラフィーを用いて定量分析を行った結果、目的の1-アセトキシ-2-メチル-3-(3, 4-メチレンジオキシフェニル)プロパンは収率43.1% (収量0.62g) であり、また、反応液には1.40gのメチレンジオキシベンゼンが含まれていた。

## 【0049】

## [比較例4]

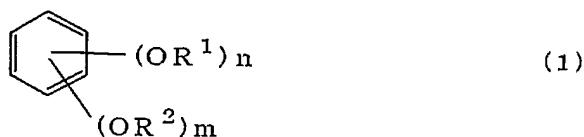
アルゴン雰囲気下、25m1容の3ツ口フラスコに四塩化チタン(0.10g, 0.5mmol)を加えた。内温4～5℃で2-メチル-3, 3-ジアセトキシプロパン(0.939g, 5.0mmol)を、次いで1, 2-メチレンジオキシベンゼン(6.106g, 50.0mmol)を滴下した。反応混合物を23℃に昇温し、18時間攪拌した。反応液にエタノール20gを加え、高速液体クロマトグラフィーを用いて定量分析を行った結果、目的の1-アセトキシ-2-メチル-3-(3, 4-メチレンジオキシフェニル)プロパンは収率9.8% (収量0.11g) であった。

【書類名】要約書  
 【要約】

【課題】本発明の課題は、香料、医農薬品等の中間体として有用である1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロパン誘導体を、アルコキシ置換ベンゼン誘導体から簡便且つ収率良く得る、工業的に好適な1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロパン誘導体の製法を提供することである。

【解決手段】ハロゲン化ホウ素及び2B族金属のハロゲン化物からなる触媒の群のうち、少なくとも1つの存在下、下式(1)で示されるアルコキシ置換ベンゼン誘導体とアルケニリデンジアセテートを反応させることを特徴とする

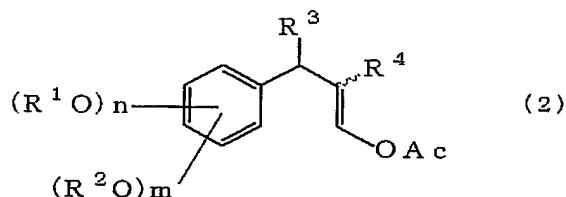
## 【化1】



(式中、OR<sup>1</sup>及びOR<sup>2</sup>はそれぞれ独立した炭素原子数1～4のアルコキシ基を表わし、mは0～4の整数を表し、nは1～5の整数を表す。)

下式(2)で表わされる1-アセトキシ-3-(アルコキシ置換フェニル)プロパン誘導体の製造法。

## 【化2】



(式中、OR<sup>1</sup>、OR<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>、m及びnは前記と同義である。)

【選択図】 なし

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願2003-316336
受付番号	50301490140
書類名	特許願
担当官	第六担当上席
作成日	0095 平成15年 9月10日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

【提出日】

平成15年 9月 9日

## 出願人履歴情報

識別番号

[000000206]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

2001年 1月 4日

住所変更

山口県宇部市大字小串1978番地の96  
宇部興産株式会社